 <b>MLF Experimental Report</b>	提出日(Date of Report) 2022/1/17
課題番号(Project No.) 2020PM3002 実験課題名(Title of experiment) 中性子回折による金属材料組織形成のその場観察測定 実験責任者名(Name of principal investigator) 小貫祐介 所属(Affiliation) 茨城大学	装置責任者(Name of responsible person) 石垣徹 装置名(Name of Instrument : BL No.) iMATERIA BL20 実施日(Date of Experiment) 2020/4/1-2021/3/31

実験目的、試料、実験方法、利用の結果得られた主なデータ、考察、及び結論を記述して下さい。

実験結果などの内容をわかりやすくするため、適宜図表添付して下さい。

Please report experimental aim, samples, experimental method, results, discussion and conclusions. Please add figures and tables for better explanation.

<b>1. 実験目的(Objectives of experiment)</b>
<p>金属材料の微細組織は、変形や熱処理を受けることで変化する。その変化の詳細を理解するためには変形中や熱処理中のその場観察が適している。本研究では、iMATERIA ではこれまでに組みのなかった高温変形試験のモデル実験を行ってこの検証を行い、その場中性子回折実験の有用性を示すことを目的とした。</p>

<b>2. 試料及び実験方法</b> Sample(s), chemical compositions and experimental procedure
<b>2.1 試料 (sample(s))</b> 本稿ではNi-30%Fe合金の高温単軸引張試験の結果を報告する。この合金は、室温を含む広い温度範囲において鉄鋼の高温相であるオーステナイトと同様のFCC構造をとる。かつ、高温での積層欠陥エネルギーが鉄鋼材料の高温オーステナイトとほぼ同様であると見込まれることから、変態のない模擬的オーステナイト試料として用いられるものである。
<b>2.2 実験方法(Experimental procedure)</b> 試料を iMATERIA の試料環境装置の一つである万能変形試験装置に取り付け、変形中その場回折実験を行った。実験温度は 1273 K、初期ひずみ速度は $1 \times 10^{-3} \text{s}^{-1}$ であった。なおこの実験は試験的な 1 MW 運転時に実施したものである。

3. 実験結果及び考察（実験がうまくいかなかった場合、その理由を記述してください。）

Experimental results and discussion. If you failed to conduct experiment as planned, please describe reasons.

FCC 構造の材料の引張変形では、すべり変形に伴う結晶回転により、引張軸と平行に $\langle 001 \rangle$  および $\langle 111 \rangle$ が配向することが知られている。高温においても主たる組成変形メカニズムがすべり変形である場合は、上記の集合組織形成が見られるが、これを妨げるメカニズムも同時に活動する。

Fig. 1 は本実験で得た、ひずみの増加に対応した引張軸への結晶配向頻度を示したものである。変形初期には $\langle 111 \rangle$ 、 $\langle 001 \rangle$ 配向ともに増加傾向であるが、ひずみ 0.2 程度を境に、 $\langle 111 \rangle$ 配向頻度は減少に転じ、 $\langle 001 \rangle$ 配向頻度の増加率の増大が見られる。また、ひずみ約 0.2 では流動応力のピークも見られている。このような応力の増減挙動は、動的再結晶によるものと理解されている。応力変動に対応して集合組織変化が見られたことは、動的再結晶においてなんらかの方位選択性が働いていることを示唆している。これに言及した過去の文献はほとんど見られず、そのメカニズムについては現在検討中である。

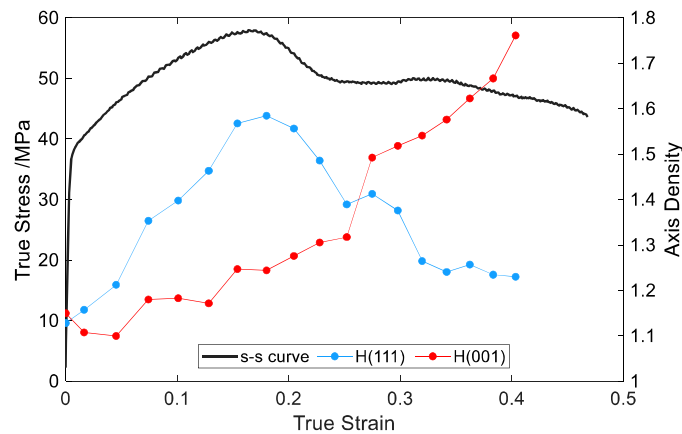


Fig. 1 Fe-30Ni に対し温度 1273 K, 初期ひずみ速度  $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  で高温引張試験を行った際の引張方向に平行に配向した結晶軸配向密度の変化。軸密度はランダム配向のときの密度を1としその倍数で表現する。

4. 結論(Conclusions)

高温で動的に変化する集合組織を捉えることが出来た。高温での集合組織測定を、わずか 1 分程度の時間分解能で実現した実験は、海外の中性子施設や放射光施設を見渡しても過去に報告がない。